

## 实验技术与方法

## 衍生法结合液相色谱串联质谱法测定婴幼儿配方食品中维生素D

张美金,王岚,钟钰,官咏仪,金梦,林海丹  
(广州海关技术中心,广东广州 510623)

**摘要:**目的 建立衍生法结合液相色谱串联质谱法测定婴幼儿配方食品中维生素D。方法 试样经酶解、皂化、液-液萃取、4-苯基-1,2,4-三唑啉-3,5-二酮(PTAD)衍生化反应,经 Atlantis® T3 色谱柱分离,甲醇-5 mmol/L 甲酸铵溶液作为流动相,梯度洗脱,采用电喷雾电离(ESI),正离子多反应监测模式(MRM)测定,同位素内标法定量。结果 方法的线性关系良好,相关系数  $r > 0.99$ ,3个质量浓度水平的加标回收率为 92.3%~94.2%,相对标准偏差为 3.03%~5.34% ( $n=6$ ),方法定量限为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。结论 该方法简便准确,灵敏度高,选择性强,适用于婴幼儿食品中维生素D的检测。

**关键词:** 婴儿食品;液相色谱-串联质谱;维生素D;4-苯基-1,2,4-三唑啉-3,5-二酮

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2023)09-1290-07

DOI:10.13590/j.cjfh.2023.09.006

**Determination of vitamin D in infant formula food by derivatization combined with high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry**

ZHANG Meijin, WANG Lan, ZHONG Yu, GUAN Yongyi, JIN Meng, LIN Haidan  
(Guangzhou Customs Technology Center, Guangdong Guangzhou 510623, China)

**Abstract: Objective** A method involving derivatization combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry was developed for the determination of vitamin D in infant formula food. **Methods** The samples were treated with enzymolysis, saponification, liquid-liquid extraction, and 4-phenyl-1,2,4-triazoline-3,5-dione derivatization. Chromatographic separation was performed using an Atlantis® T3 column, and gradient elution was performed using the methanol-5 mmol/L ammonium formate solution as the mobile phase. The method applied positive electrospray ionization and multiple reaction monitoring mode and was quantified with the isotope internal standard method. **Results** A good linearity was obtained with a correlation coefficient above 0.99. The average recovery levels from three different ranged from 92.3% to 94.2%, and the relative standard deviations were between 3.03% and 5.34% ( $n=6$ ). The limit of quantification was 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . **Conclusion** This method is simple, accurate with high sensitivity and high selectivity, and suitable for the determination of vitamin D in infant formula food.

**Key words:** Infant food; LC-MS/MS; vitamin D; 4-phenyl-1,2,4-triazoline-3,5-dione

维生素D是固醇类衍生物,主要包括维生素D<sub>2</sub>(麦角钙化醇)和维生素D<sub>3</sub>(胆钙化醇)。维生素D在体内钙和磷酸盐代谢中起关键作用,对婴幼儿骨骼发育至关重要,补充维生素D可预防婴幼儿营养性佝偻病。婴幼儿食品属于特殊食品,国际组织和我国对婴幼儿食品中维生素D设定了限量要求,以保障婴幼儿配方食品的安全以及规范其生产经营。现有的婴幼儿食品中维生素D定量检测的标准方法

主要有液相色谱法<sup>[1]</sup>和液相色谱串联质谱法<sup>[1,4-7]</sup>。液相色谱法测定维生素D需采用正相硅胶柱纯化制备-反相C<sub>18</sub>柱液相色谱分离测定,操作繁琐,耗时长,且定量灵敏度低。国标法中第三法采用固相萃取净化,同位素内标法定量<sup>[1]</sup>。对于基质复杂的样品,质谱分析仍存在共洗脱物,干扰定量的准确性。美国分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists, AOAC)<sup>[2]</sup>和国际标准化组织(International Organization for Standardization, ISO)<sup>[3]</sup>方法采用4-苯基-1,2,4-三唑啉-3,5-二酮(4-phenyl-1,2,4-triazoline-3,5-dione, PTAD)衍生化反应结合液相色谱串联质谱法测定配方奶粉中维生素D,维生素D与PTAD形成一个高分子量、易电离的加合物。PTAD衍生方法目前国内主要应用于医学领

收稿日期:2022-05-05

作者简介:张美金 女 工程师 研究方向为食品化学分析工作

E-mail:381740075@qq.com

通信作者:林海丹 女 研究员 研究方向为食品化学分析工作

E-mail:2628213528@qq.com

域<sup>[8]</sup>。ISO方法应用范围也有一定的局限性,不适用于有淀粉包裹的样品,且需在样品前处理加入较多同位素内标,以校正提取的回收率。

本文对PTAD衍生法结合液相色谱串联质谱法测定婴幼儿食品,包括婴幼儿液态奶、配方奶粉、谷物辅食等。前处理优化了皂化条件,保证回收率的同时减少了内标的使用量,大大节省检测费用,扩大检测范围,克服了基质效应存在干扰峰的问题,建立选择性强、灵敏度高,适用于婴幼儿配方食品中维生素D准确定量的方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器与试剂

LC-MS/MS 8050液相色谱串联质谱(日本岛津公司),恒温水浴摇床(德国Mettler公司),TurboVap<sup>®</sup>LV吹氮浓缩仪(瑞典Biotage公司),振荡器Multi Reax(德国Heidolph),Milli-Q超纯水机。

甲醇(色谱纯,德国Merck公司);无水乙醇(色谱纯,Fisher Chemical公司);甲酸铵(色谱纯,CNW公司); $\alpha$ -淀粉酶(CAS#9001-19-8 BR,4 000 U/g,上海源叶生物科技有限公司);维生素D<sub>2</sub>(CAS号:50-

14-6,纯度99.6%,Sigma Aldrich),维生素D<sub>3</sub>(CAS号:67-97-0,纯度98.84%,Dr. Ehrenstorfer),维生素D<sub>2</sub>-d<sub>3</sub>内标(CAS号:1217448-46-8,100  $\mu$ g/mL,First Standard),维生素D<sub>3</sub>-d<sub>3</sub>内标(CAS号:80666-48-4,103.9  $\mu$ g/mL,First Standard);PTAD、TRC、L(+)-抗坏血酸、氢氧化钾、乙醇、石油醚I和丙酮均为分析纯。

### 1.2 标准储备液的配制

维生素标准溶液的配制:用乙醇配制维生素D标准溶液(质量浓度10 mg/L),使用前需校正。再逐级稀释配成0.5~50  $\mu$ g/L的维生素D标准工作液,每毫升标准工作液含有10 ng的维生素D内标。

PTAD衍生试剂:用丙酮配制质量浓度为10 mg/mL。

### 1.3 色谱-质谱条件

#### 1.3.1 质谱条件

离子源:电喷雾正离子(ESI<sup>+</sup>),雾化气(氮气)流量:2.4 L/min;加热气(干空气)流量:12 L/min,接口温度:300  $^{\circ}$ C;DL温度:250  $^{\circ}$ C;干燥气流量:7 L/min。碰撞气(CID,氩气):270 kPa;其他质谱参数见表1。

表1 维生素D的质谱参数

Table 1 Mass spectrum parameters of vitamin D

项目	母离子/(m/z)	定量离子/(m/z)	定性离子/(m/z)	保留时间/min	Q1/V	CE/V	Q3/V
维生素D <sub>2</sub>	572.20	298.00	280.00	4.8	52.2	-18.0	-13.0
维生素D <sub>2</sub> -d <sub>3</sub>	575.20	301.15	283.20	4.8	-30.0	-17.0	-19.0
维生素D <sub>3</sub>	560.20	298.00	280.00	4.9	-28.0	-18.0	-13.0
维生素D <sub>3</sub> -d <sub>3</sub>	563.20	301.15	283.20	4.8	-30.0	-20.0	-13.0

注:质量准确性 $\leq 0.5$  u

#### 1.3.2 色谱条件

色谱柱:Atlantis<sup>®</sup> T3(沃特世,100 $\times$ 3.0 mm,5  $\mu$ m),流动相:甲醇-5 mmol/L甲酸铵水溶液,梯度洗脱见表2,流速:0.3 mL/min;柱温:35  $^{\circ}$ C,进样体积:5  $\mu$ L。

表2 色谱梯度洗脱条件

Table 2 Chromatographic gradient elution conditions

时间/min	流速/(mL/min)	5 mmol/L甲酸铵/%	甲醇/%
0.01	0.3	5	95
2.00	0.3	2	98
5.00	0.3	2	98
5.50	0.3	5	95
10.0	0.3	5	95

#### 1.3.3 样品处理

##### 1.3.3.1 预处理

谷物类样品(含淀粉样品):粉碎均质后,存于样品瓶。准确称取样品2.5 g于250 mL三角瓶,加入1 g抗坏血酸、0.5 g  $\alpha$ -淀粉酶和30 mL纯水,摇匀后置60  $^{\circ}$ C水浴振荡器,振荡酶解30 min。

奶粉样品:准确称取样品2.5 g于250 mL三角瓶,加入1 g抗坏血酸和30 mL 60  $^{\circ}$ C温水,摇匀。

液态奶:准确称取样品10 g于250 mL三角瓶,加入1 g抗坏血酸和20 mL纯水,摇匀。

##### 1.3.3.2 皂化

预处理后的样品溶液加入30 mL乙醇和12 mL 50%氢氧化钾水溶液,振摇1 min,充氮气1 min,排出三角瓶内的空气,加盖拧紧,置80  $^{\circ}$ C水浴振荡器振荡60 min。取出冷却至室温。

##### 1.3.3.3 提取、衍生

向皂化液中加入石油醚I 50 mL,振荡提取5 min,转移至125 mL分液漏斗静置分层,下层皂化液转移回原三角瓶,再加入石油醚I 50 mL重复提取一次,两次萃取的醚层合并于分液漏斗,用约50 mL水分二次洗涤醚层近中性,石油醚层转入100 mL比色管中并用石油醚I定容摇匀。取玻璃吹氮管,加入100  $\mu$ L浓度为100  $\mu$ g/L的内标混合液,用移液管移取5 mL提取液于吹氮管,38  $^{\circ}$ C氮气吹至刚干,

加入 950  $\mu\text{L}$  乙醇和 50  $\mu\text{L}$  PTAD 衍生试剂,置暗处涡旋 5 min,衍生液经滤膜过滤后,供液相色谱串联质谱测定。

## 2 结果

### 2.1 样品前处理

本研究对样品前处理关键操作进行细化和优化。实验确定的皂化条件为皂化温度 80  $^{\circ}\text{C}$ ,皂化时间 60 min。充氮气后保持皂化容器的气密性,防止维生素在高温皂化时被氧化分解。实验确定液-液萃取提取溶剂为低沸点的石油醚I,既可降低浓缩的温度,同时缩短浓缩时间,避免维生素 D 损失。实验确定的液-液萃取次数为两次,可萃取完全,提高回收率。

在以上确定的实验条件下,维生素 D 回收率理想,不需要在样品预处理时加入内标物用以校正样品前处理的回收,减少了内标物的使用量,大大节约实验成本。

### 2.2 衍生化试验

本研究采用 PTAD 与维生素 D 进行衍生化反应,形成易于电离的高分子的衍生物,显著提高了化合物的液相质谱测定的灵敏度。衍生反应式见图 1 和图 2。日常检测时采用国标法的液相色谱串联质谱法,对于基质复杂的样品,质谱分析仍存在共洗脱物,干扰定量的准确性,见图 3 和图 4。对于 25(OH)D 衍生化产物存在的 6S 和 6R 两种构型,为方便定量,选择主峰 6S 构型进行定量分析。PTAD 衍生化产物在质谱环境中容易失去一分子水,形成的准分子离子脱水峰是该衍生物 ESI 一级质谱的主峰,因此,多反应监测技术(Multiple reaction monitoring, MRM)定量分析时选择 $[\text{M}+\text{H}-\text{H}_2\text{O}]^+$ 作为母离子<sup>[9]</sup>。维生素 D<sub>3</sub>和 维生素 D<sub>2</sub>标准溶液 MRM 色谱图分别

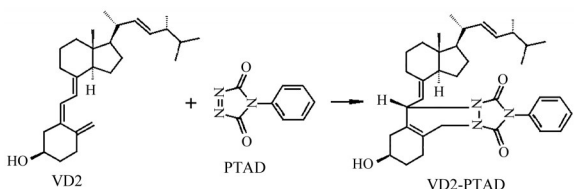


图1 维生素 D<sub>2</sub>衍生化反应

Figure 1 Derivative reaction of vitamin D<sub>2</sub>

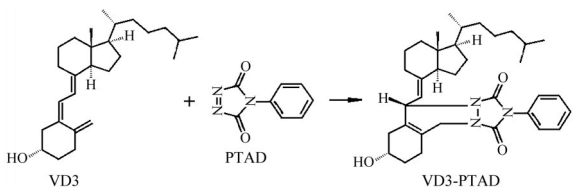


图2 维生素 D<sub>3</sub>衍生化反应

Figure 2 Derivative reaction of vitamin D<sub>3</sub>

见图 5 和图 6,经衍生化反应后的婴幼儿配方奶粉和谷物辅食样品 MRM 色谱图分别见图 7 和图 8。可见用本法分析,MRM 色谱图目标化合物出峰时间没有干扰峰,选择性强,提高定量的准确性。

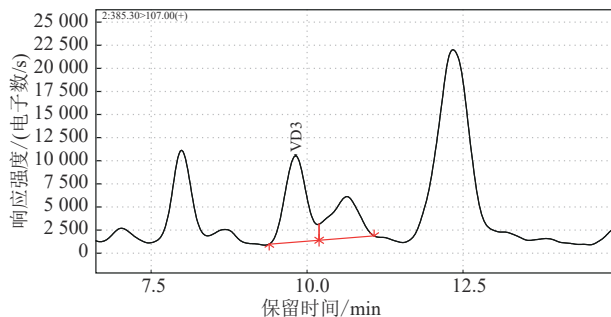


图3 某配方奶粉样品国标法测定 MRM 色谱图

Figure 3 MRM chromatogram of a formula milk powder sample determined by national standard method

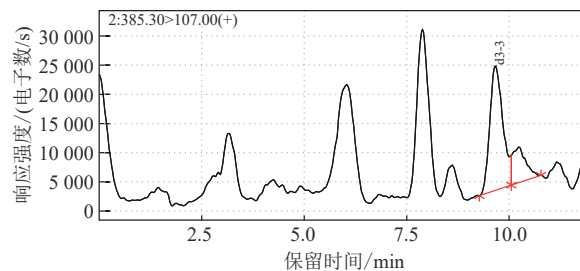


图4 某谷物辅食样品国标法测定 MRM 色谱图

Figure 4 MRM chromatogram of Cereal-based complementary foods sample determined by national standard method

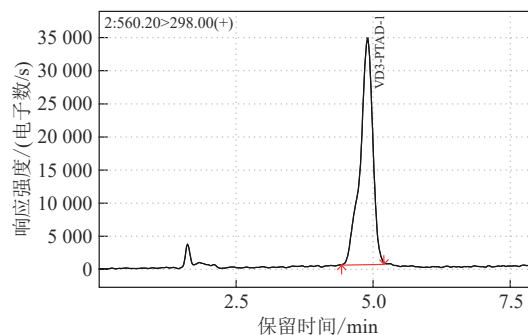


图5 维生素 D<sub>3</sub>标准溶液(2  $\mu\text{g/L}$ ) 本法 MRM 色谱图

Figure 5 MRM chromatogram of vitamin D<sub>3</sub>(2  $\mu\text{g/L}$ ) determined by the method

### 2.3 衍生试剂 PTAD 添加量试验

选取配方奶粉样液和标准工作曲线最高点维生素 D 质量浓度为 50  $\mu\text{g/L}$  标准溶液进行 PTAD 的衍生化反应效果实验,结果见表 3。可见衍生试剂添加量 10~100  $\mu\text{L}$ ,衍生化测定结果无显著差异,添加量小于 10  $\mu\text{L}$  时测定结果偏低,添加量为 50  $\mu\text{L}$  时测定结果达峰值。本实验确定添加量为 50  $\mu\text{L}$ 。

### 2.4 衍生化反应稳定性实验

选取质量浓度为 0.500  $\mu\text{g/L}$  的衍生化标准溶液,保存时间选择 1 周, -18  $^{\circ}\text{C}$  冷冻保存。测试衍生

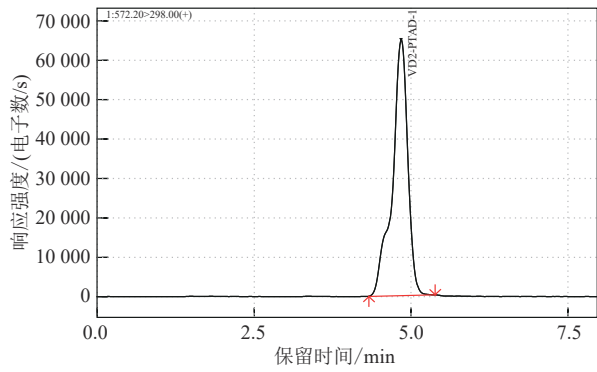


图6 维生素D<sub>2</sub>标准溶液(2 µg/L)本法MRM色谱图

Figure 6 MRM chromatogram of vitamin D<sub>2</sub>(2 µg/L) determined by the method

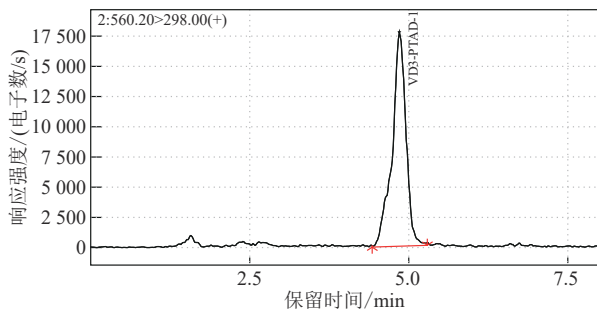


图7 某配方奶粉样品本法测定MRM色谱图

Figure 7 MRM chromatogram of a formula milk powder sample determined by the method

化标准溶液中衍生化合物的剩余分析物为100% (n=3)。选取婴幼儿配方奶粉和营养米粉样品进行稳定

营养米粉衍生存放时间试验

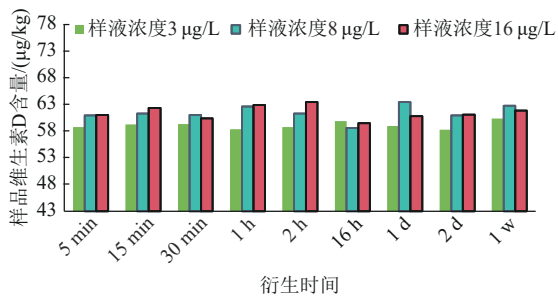


图9 衍生时间试验

Figure 9 Effect of derivatization time

2.5 色谱条件的优化

本法采用甲醇-5 mmol/L 甲酸铵水溶液两相作为流动相,经实验优化采用梯度洗脱,维生素D<sub>2</sub>和维生素D<sub>3</sub>以及氘代内标物的MRM色谱图见图10~图13。可见两种化合物色谱峰基线完全分离。

2.6 方法适应性试验

2.6.1 线性响应范围

在上述液相色谱质谱条件下,配制系列质量浓度维生素D混合标准溶液进行衍生化反应后,以分析物与内标物峰面积比( $\gamma$ )对分析物与内标物的质量浓度( $x$ )作校正曲线,得到线性回归方程与

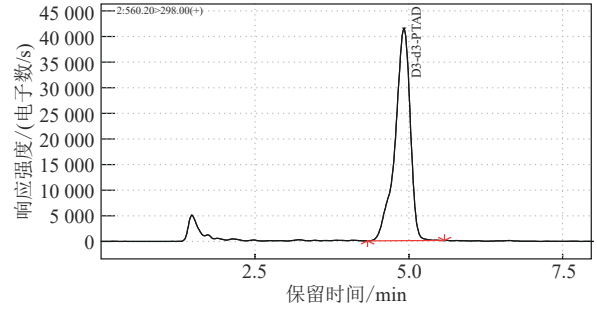


图8 某谷物辅食样品本法测定MRM色谱图

Figure 8 MRM chromatogram of Cereal-based complementary foods sample determined by the method

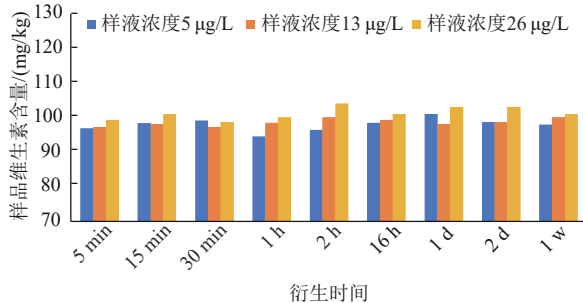
性测试,按本法“1.3.3”进行前处理实验,分别吸取2.5和10 mL提取液氮吹,衍生后得到不同浓度的待上机样液,在-18 °C冷冻保存放至1周,期间在不同时间点取出上机测试,其样品结果相对标准偏差在1.0%~2.3%之间。实验结果表明本法提取衍生反应5 min即达平衡,且不受浓度影响,样液冷冻保存1 w无显著变化。

表3 衍生试剂PTAD(10 mg/mL)添加量衍生实验测定结果 (n=3)

Table 3 Effect of addition amount of PTAD(10 mg/mL) on determination results (n=3)

PTAD添加量/µL	5	10	20	30	50	75	100
奶粉样液/(µg/kg)	76.1	76.7	79.7	81.1	80.2	79.3	78.8
50 µg/L标准溶液结果/(µg/L)	44.1	45.3	50.3	52.2	52.2	50.8	51.6

配方奶粉衍生存放时间试验



相关系数见表4。实验表明,维生素D<sub>2</sub>和维生素D<sub>3</sub>在质量浓度0.500~50 µg/L线性良好,相关系数均大于0.99。

2.6.2 定量限、回收率与精密度

本文选用配方奶粉(购自厂家无添加维生素D的配方奶粉样品),按照本法进行回收率和精密度实验,维生素D的空白样品和添加定量水平的MRM色谱图见图14~图17。方法的平均回收率为92.3%~94.2% (n=6),相对标准偏差为3.03%~5.34%,结果见表5。实验表明维生素D<sub>2</sub>和维生素D<sub>3</sub>方法的定量限为1.00 µg/kg,在定量限水平的加



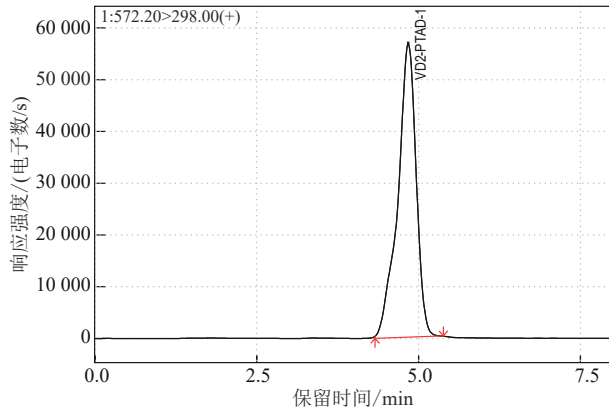


图 10 维生素 D2 标准溶液 (2 µg/L) MRM 色谱图

Figure 10 MRM chromatogram of vitamin D<sub>2</sub> standard (2 µg/L)

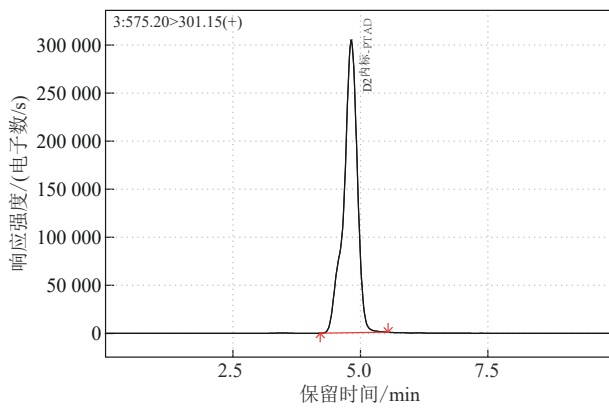


图 11 维生素 D<sub>2</sub>-D<sub>3</sub> 内标标准溶液 (10 µg/L) MRM 色谱图

Figure 11 MRM chromatogram of vitamin D<sub>2</sub>-D<sub>3</sub> standard (10 µg/L)

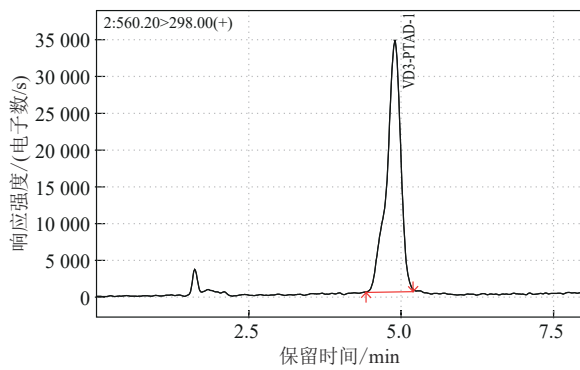


图 12 维生素 D<sub>3</sub> 标准溶液 (2 µg/L) MRM 色谱图

Figure 12 MRM chromatogram of vitamin D<sub>3</sub> standard (2 µg/L)

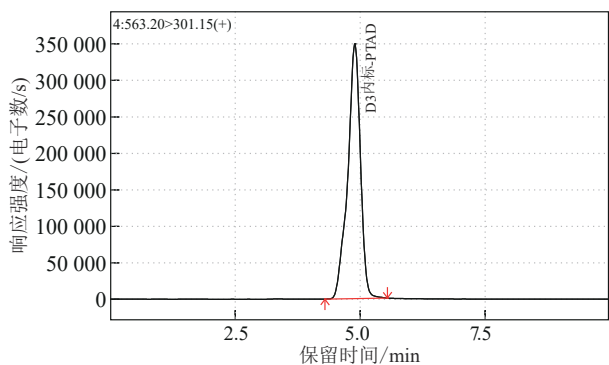


图 13 维生素 D<sub>3</sub>-D<sub>3</sub> 内标标准溶液 (10 µg/L) MRM 色谱图

Figure 13 MRM chromatogram of vitamin D<sub>3</sub>-D<sub>3</sub> standard (10 µg/L)

表 4 线性方程、相关系数、线性范围

Table 4 Linear equations, correlation coefficient and linear ranges

名称	线性方程	相关系数	线性范围/ (µg/L)
维生素 D <sub>2</sub>	$y=0.078\ 732\ 7x+0.024\ 483\ 6$	0.999 7	0.500~50.0
维生素 D <sub>3</sub>	$y=0.090\ 477\ 4x-0.002\ 593\ 54$	0.999 9	0.500~50.0

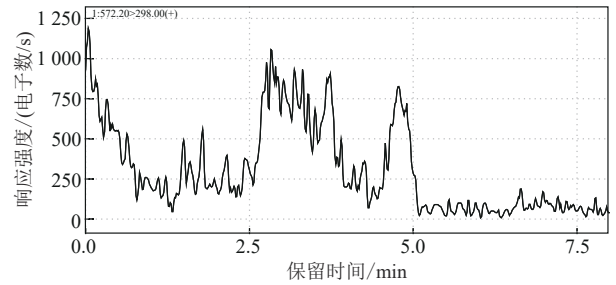


图 14 空白配方奶粉维生素 D<sub>2</sub> MRM 色谱图

Figure 14 MRM chromatogram of blank formula milk powder sample

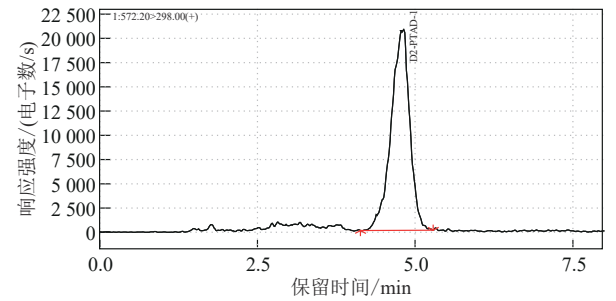


图 15 配方奶粉添加维生素 D<sub>2</sub> MRM 色谱图

Figure 15 MRM chromatogram of formula milk powder sample spiked with vitamin D<sub>2</sub>

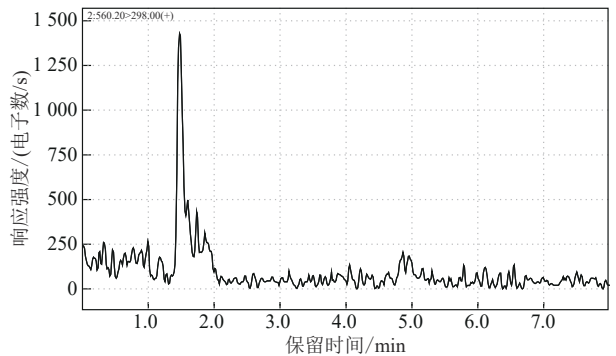


图 16 空白配方奶粉维生素 D<sub>3</sub> MRM 色谱图

Figure 16 MRM chromatogram of blank formula milk powder sample

标回收实验,信噪比(S/N)均大于 10,且回收率和精密度符合分析方法的要求。

从表 6 可以看出,本法维生素 D<sub>3</sub> 的定量限比国际法<sup>[1]</sup>下降了 83.3%,维生素 D<sub>2</sub> 下降了 96.7%,使用的内标量只需国标法的 10%,大大节约检测成本。从适用范围来看,ISO 法<sup>[2]</sup>不适用于含谷物淀粉类的样品,本法适用于奶粉、液态奶及含谷物淀粉类,适用范围更广。

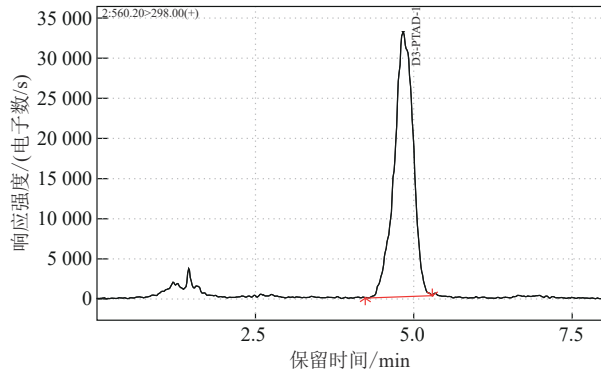


图 17 配方奶粉添加维生素 D<sub>3</sub>MRM 色谱图

Figure 17 MRM chromatogram of formula milk powder sample spiked with vitamin D<sub>3</sub>

2.6.3 实际样品测试结果

采用本法测试婴幼儿配方食品,包括液态类、奶粉类和谷物类样品,检测结果见表 7,实验结果表明本法测定实际样品中维生素 D 的结果符合产品标示值和产品对应的执行标准要求。

表 6 各方法比较

Table 6 Comparison by different methods

	方法	检出限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	定量限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	线性范围/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	内标使用量/ $\mu\text{g}$	适用样品
维生素 D <sub>2</sub>	本法	0.5	1.0	0.50~50	0.01	食品
	GB 5009.82—2016(第三法)	10	30	10.0~200	0.1	食品
	ISO 20636: 2018	0.4	1.5	0.4~50	0.5	奶粉/液奶/营养素
维生素 D <sub>3</sub>	本法	0.5	1.0	0.50~50	0.01	食品
	GB 5009.82—2016(第三法)	2.0	6.0	10.0~200	0.1	食品
	ISO 20636: 2018	0.4	2.5	0.4~50	0.5	奶粉/液奶/营养素

表 7 婴幼儿配方食品中维生素 D 的测试结果(n=6)

Table 7 Results for the determination of vitamin D in infant formula food(n=6)

品名	产品标示值	GB 5009.82—2016(第三法)	本法
婴儿配方液态奶/( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	10	14.1	14.9
婴儿配方奶粉/( $\mu\text{g}/100\text{g}$ )	7.5	9.00	9.25
较大婴儿配方奶粉/( $\mu\text{g}/100\text{g}$ )	7.5	10.7	9.59
幼儿配方奶粉/( $\mu\text{g}/100\text{g}$ )	7.8	10.0	9.90
婴幼儿谷物辅助米粉/( $\mu\text{g}/100\text{g}$ )	4.7	6.56	5.30

参考文献

[ 1 ] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定: GB 5009.82—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017. National Health and Family Planning Commission, National Food and Drug Administration. National food safety standard- Determination of vitamin A, D, E in foods [S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.

[ 2 ] International Organization for Standardization (ISO). Infant formula and adult nutritionals - Determination of vitamin D by liquid chromatography-mass spectrometry: ISO 20636—2018 [S]. Switzerland: ISO, 2018.

[ 3 ] International Organization for Standardization (ISO). Dried skimmed milk-Determination of vitamin D content using high-performance liquid chromatography: ISO 14892—2002 [S]. Switzerland: ISO, 2002.

[ 4 ] 宁霄, 高文超, 罗娇依, 等. 液相串联质谱法测定保健食品中脂溶性维生素方法建立及其应用[J]. 中国药师, 2017, 20(10): 1768-1772, 1780. NING X, GAO W C, LUO J Y, et al. Simultaneous detection of fat-soluble vitamins in health foods by UPLC-MS/MS and its application[J]. China Pharmacist, 2017, 20(10): 1768-1772, 1780.

[ 5 ] 田良良, 黄冬梅, 蔡友琼, 等. 正己烷提取-高效液相色谱法及其串联质谱法分别测定婴幼儿配方奶粉中维生素 A、D<sub>3</sub> 含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(21): 8482-8487. TIAN L L, HUANG D M, CAI Y Q, et al. Determination of vitamin A and D<sub>3</sub> in infant formula milk powder by n-hexane extraction-high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(21): 8482-8487.

[ 6 ] 王多娇, 颜春荣, 徐春祥. 超高效液相色谱-串联质谱法测定

表 5 配方奶粉样品中维生素 D 的加标回收率结果(n=6)

Table 5 Recovery tests for vitamin D acids in formula milk powder sample (n=6)

	加标水平/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/%	变异系数(CV)/%
维生素 D <sub>2</sub>	1.00	93.7	3.03
	10.0	92.3	4.46
	50.0	94.1	3.39
维生素 D <sub>3</sub>	1.00	93.8	4.85
	10.0	94.0	5.34
	50.0	94.2	4.36

3 结论

本研究建立了衍生法结合液相色谱串联质谱法测定婴幼儿配方食品中维生素 D, 样品前处理经过皂化、提取、浓缩后, 采用 PTAD 衍生化反应, 与同类液相色谱质谱法相比, 方法灵敏度高, 选择性强, 有效降低了样品基质干扰。本方法同时优化样品前处理皂化和液-液萃取条件, 显著提高了方法的回收率, 同位素内标法定量, 精密度好, 可满足婴幼儿配方食品的定性、定量测定。

- 食品中维生素D[J]. 安徽农业科学, 2020, 48(22): 190-192, 205.
- WANG D J, YAN C R, XU C X. Determination of vitamin D in foodstuffs by UPLC-MS/MS[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2020, 48(22): 190-192, 205.
- [7] 谢玉珊, 谢守新, 宋阳, 等. 液相色谱-质谱联用法测定乳品中维生素D<sub>3</sub>质量浓度[J]. 中国乳品工业, 2015, 43(1): 33-35.
- XIE Y S, XIE S X, SONG Y, et al. Determination of Vitamin D<sub>3</sub> in milk products by liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. China Dairy Industry, 2015, 43(1): 33-35.
- [8] 高洁, 李静, 王刚, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测干血点样品中25-羟基维生素D<sub>2</sub>和25-羟基维生素D<sub>3</sub>的方法[J]. 分析仪器, 2020(6): 51-55.
- GAO J, LI J, WANG G, et al. Determination of 25-hydroxyvitamin D<sub>2</sub> and 25-hydroxyvitamin D<sub>3</sub> in dried blood samples by HPLC-MS[J]. Analytical Instrumentation, 2020(6): 51-55.
- [9] STEPMAN H C, VANDERROOST A, VAN UYTFANGHE K, et al. Candidate reference measurement procedures for serum 25-hydroxyvitamin D<sub>3</sub> and 25-hydroxyvitamin D<sub>2</sub> by using isotope-dilution liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Clinical Chemistry, 2011, 57(3): 441-448.

## 《中国食品卫生杂志》2023年征稿征订启事

《中国食品卫生杂志》创刊于1989年,由中华人民共和国国家卫生健康委员会主管,中华预防医学会、中国卫生信息与健康医疗大数据学会共同主办,刊号:ISSN 1004-8456/CN 11-3156/R,邮发代号:82-450,月刊,国内公开发行人。本刊是2008、2011、2017、2020版中文核心期刊,中国科学引文数据库核心刊(C刊),中国科技核心期刊,中国精品科技期刊。中国知网(CNKI)全文收录。2020年版影响因子1.553,在预防医学领域影响力指数排名第8(8/86)。曾连续多年获得中华预防医学会优秀期刊一等奖。

**刊登范围:**食品卫生领域的科研方法及成果,检验检测技术(包括化学分析技术、微生物检验技术、毒理学方法),有毒有害物质的监测、评估、标准的研究,监督管理措施及方法,应用营养等。

**主要栏目:**专家述评、论著、研究报告、实验技术与方法、监督管理、调查研究、食品安全标准及监督管理、风险监测、风险评估、应用营养、食源性疾病、综述及国际标准动态。

**刊发周期:**审稿通过后一般在2个月左右刊出。对具有创新性的优秀论文开通绿色通道,加急审稿、优先发表。

### 欢迎投稿 欢迎订阅

**投稿网址:** <http://www.zgspws.com>

**订 阅:**2023年《中国食品卫生杂志》。每期定价40元,全年480元。

订阅方式可以通过以下:

- 1、杂志官方网站订阅(详情见官网 [www.zgspws.com](http://www.zgspws.com)、可咨询购买过刊)。
- 2、通过邮局订阅,邮发代号82-450。
- 3、通过杂志淘宝店,微信公众号线上购买(详情请扫描以下二维码关注)。

**地 址:**北京市朝阳区广渠路37号院2号楼802室

《中国食品卫生杂志》编辑部

**电 话:**010-52165596 **邮政编码:**100021 **E-mail:**spws462@163.com



杂志公众号



杂志淘宝店



杂志微店